

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2005-206444

(43)Date of publication of application : 04.08.2005

(51)Int.Cl.

G30B 29/30

G30B 33/02

(21)Application number : 2004-061862

(71)Applicant : SUMITOMO METAL MINING CO LTD

(22)Date of filing : 05.03.2004

(72)Inventor : KAJIGAYA TOMIO  
TSUNODA TAKASHI

(30)Priority

Priority number : 2003432472  
2003104176Priority date : 26.12.2003  
08.04.2003

Priority country : JP

JP

## (54) LITHIUM TANTALATE SUBSTRATE AND ITS PRODUCING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent breakdown of a comb-type pattern formed on the surface of a lithium tantalate (LT) substrate and cracking of the LT substrate by preventing spark generated by the accumulation of electric charges on the substrate surface; and to prevent that the light transmitted through the LT substrate reflects on the rear surface of the substrate and returns to the surface, and thereby, the resolution of the comb-type pattern is reduced in a photolithographic process.

SOLUTION: In a method for manufacturing the LT substrate from an LT crystal, after growing the crystal, an LT crystal in an ingot form is embedded in carbon powder, or is placed in a carbon vessel, and heat treatment is performed at a maintained temperature of 650-1,650° C for at least 4 hours.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

05.03.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-206444

(P2005-206444A)

(43) 公開日 平成17年8月4日(2005.8.4)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C30B 29/30

C30B 33/02

F1

C30B 29/30

C30B 33/02

テーマコード (参考)

4G077

審査請求 有 請求項の数 11 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2004-61862 (P2004-61862)	(71) 出願人	000183303
(22) 出願日	平成16年3月5日 (2004.3.5)		住友金属鉱山株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2003-432472 (P2003-432472)		東京都港区新橋5丁目11番3号
(32) 優先日	平成15年12月26日 (2003.12.26)	(74) 代理人	100108877
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 鴨田 哲彰
(31) 優先権主張番号	特願2003-104176 (P2003-104176)	(72) 発明者	梶ヶ谷 富男
(32) 優先日	平成15年4月8日 (2003.4.8)		北海道岩内郡共和町国富351-1 住友
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		金属鉱山株式会社国富事業所電子工場内
		(72) 発明者	角田 隆
			北海道岩内郡共和町国富351-1 住友
			金属鉱山株式会社国富事業所電子工場内
		Fターム (参考)	4G077 AA02 BC37 CF10 FE02 FE08
			FE17 HA11

(54) 【発明の名称】 タンタル酸リチウム基板およびその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 タンタル酸リチウム (LT) 基板において、電荷が基板表面にチャージアップして発生するスパークを防止することにより、基板表面に形成した櫛形パターンの破壊や、LT基板の割れ等を防止し、また、フォトリソグラフ工程で、LT基板内を透過した光が、基板裏面で反射して表面に戻り、櫛形パターンの解像度を悪化させることを防止する。

【解決手段】 LT結晶を用いてLT基板を製造する工程において、結晶育成後のインゴット状態のLT結晶をカーボン粉末の中に埋め込んで、あるいはカーボン容器に入れて、650～1650℃の保持温度で4時間以上熱処理する。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

インゴットの状態で、カーボン粉末に埋め込まれて、あるいはカーボン容器の中で、650～1650℃の保持温度で熱処理された熱履歴を有するタンタル酸リチウム基板。

## 【請求項 2】

インゴットの状態で、Si粉末に埋め込まれて、あるいはSi容器の中で、650～1400℃の保持温度で熱処理された熱履歴を有するタンタル酸リチウム基板。

## 【請求項 3】

ウエハの状態で、Ca、Al、Ti、Siからなる群より選択される1つの金属粉末に埋め込まれて、350～600℃の保持温度で熱処理された熱履歴を有するタンタル酸リチウム基板。

10

## 【請求項 4】

ウエハの状態で、Zn粉末に埋め込まれて、350℃以上、Znの融点未満の保持温度で熱処理された熱履歴を有するタンタル酸リチウム基板。

## 【請求項 5】

熱処理を4時間以上施したことを特徴とする請求項1～4記載のタンタル酸リチウム基板。

## 【請求項 6】

請求項1～5記載の熱処理により黒化したタンタル酸リチウム基板。

## 【請求項 7】

チョコラスキー法で育成したタンタル酸リチウム結晶を用いて基板を製造する方法において、タンタル酸リチウム結晶をインゴットの状態で、カーボン粉末に埋め込み、あるいはカーボン容器の中で、650℃～1650℃の保持温度で熱処理するタンタル酸リチウム基板の製造方法。

20

## 【請求項 8】

チョコラスキー法で育成したタンタル酸リチウム結晶を用いて基板を製造する方法において、タンタル酸リチウム結晶をインゴットの状態で、Si粉末に埋め込み、あるいはSi容器の中で、650℃～1400℃の保持温度で熱処理するタンタル酸リチウム基板の製造方法。

## 【請求項 9】

チョコラスキー法で育成したタンタル酸リチウム結晶を用いて基板を製造する方法において、タンタル酸リチウム結晶をウエハの状態で、Ca、Al、Ti、Siからなる群より選択される1つの金属粉末に埋め込み、350～600℃の保持温度で熱処理するタンタル酸リチウム基板の製造方法。

30

## 【請求項 10】

チョコラスキー法で育成したタンタル酸リチウム結晶を用いて基板を製造する方法において、タンタル酸リチウム結晶をウエハの状態で、Zn粉末に埋め込み、350℃以上、Znの融点未満の保持温度で熱処理するタンタル酸リチウム基板の製造方法。

## 【請求項 11】

熱処理を4時間以上施すことを特徴とする請求項7～10記載のタンタル酸リチウム基板の製法。

40

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、表面弾性波素子などに用いられるタンタル酸リチウム(LT)基板およびその製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

LT結晶は、融点が約1650℃、キュリー温度が約600℃の強誘電体であり、圧電性を有する。このLT結晶を用いて製造されたLT基板の用途は、主に携帯電話の信号ノ

50

イズ除去用の表面弾性波 (SAW) フィルタ用材料である。携帯電話の高周波化、各種電子機器の無線 LAN である Bluetooth (2.45 GHz) の普及などにより、2 GHz 前後の周波数領域の SAW フィルタが、今後、急増すると予測されている。

#### 【0003】

SAW フィルタは、LT 基板などの圧電材料の基板上に、AlCu 合金などの金属薄膜で 1 対の櫛形電極を形成した構造となっている。この櫛形電極が、デバイスの極性を左右する重要な役割を担っている。櫛形電極は、スパッタにより圧電材料上に金属薄膜を成膜した後、1 対の櫛形パターンを残し、フォトリソグラフ技術により不要な部分をエッチング除去することにより形成される。

#### 【0004】

より高周波に対応するためには、櫛形パターンを微細に、かつ、薄くする必要がある。2 GHz 前後の周波数領域のデバイスでは、現在の主力である 800 MHz 前後の周波数領域のデバイスに比べ、電極間距離が約 1/3 の  $0.3 \mu\text{m} \sim 0.4 \mu\text{m}$ 、膜厚が 1/5 以下の 200 nm 以下程度となる。

#### 【0005】

LT 結晶は、産業的には、主にチョコラルスキー法で、通常、高融点のイリジウムるつぼを用い、酸素濃度が数%~10%程度の窒素-酸素混合ガス雰囲気の中で育成され、電気炉内で所定の冷却速度で冷却された後、電気炉から取り出される (Albert A. Ballman: Journal of American Ceramic Society, Vol.48 (1965))。

#### 【0006】

LT 結晶からのウエハの製造工程は、結晶育成 (インゴット)、ポーリング処理、円筒研削、スライス、ラップ、ポリッシュ、ウエハ完成の順になっている。

#### 【0007】

具体的には、育成された LT 結晶は、無色透明もしくは透明感の高い淡黄色を呈している。育成後、熱応力による結晶の残留歪みを取り除くために、融点に近い均熱下で熱処理を LT 結晶に対して行う。さらに、単一分極とするためのポーリング処理、すなわち、LT 結晶を室温からキュリー温度 (約  $600^\circ\text{C}$ ) 以上の所定温度まで昇温し、LT 結晶に電圧を印加し、電圧を印加したままキュリー温度以下の所定温度まで降温した後、電圧印加を停止して室温まで冷却する一連の処理を行う。ポーリング処理の後、外形を整えるために外周研削された LT 結晶のインゴットは、スライスしてウエハに形成し、該ウエハをラップ、ポリッシュ工程等の機械加工を経て、LT 基板となる。最終的に得られた LT 基板は、ほぼ無色透明であり、電気伝導度は極めて低く、およそ  $10^{-13} \text{ S/m}$  (体積抵抗率  $10^{15} \Omega\text{cm}$ ) 程度である。

#### 【0008】

強誘電体である LT 結晶は、焦電性も併せ持っている。従って、従来の方法で得られた LT 基板では、表面弾性波素子の製造プロセスで受ける温度変化によって、LT 結晶の焦電性のために電荷が LT 基板の表面に溜まり、チャージアップによりスパークが発生しやすい。該スパークにより、LT 基板の表面に形成した櫛形パターンが破壊され、さらには LT 基板に割れ等が発生し、表面弾性波素子の製造プロセスでの歩留まり低下が起きている。しかも、LT 基板の電気伝導度は、前述のように極めて低いため、チャージアップ状態が保たれ、スパークが発生しやすい状態が長く続く。

#### 【0009】

また、LT 基板の光透過率が高いので、表面弾性波素子の製造プロセスの 1 つであるフォトリソグラフ工程で、LT 基板内を透過した光が、LT 基板の裏面で反射されて表面に戻り、形成された櫛形パターンの解像度を悪化させるという問題も生じさせている。

#### 【0010】

これらの問題を解決するために、特開平 11-92147 号公報、特開平 11-236298 号公報において、ニオブ酸リチウム (LN) 結晶を  $500 \sim 1140^\circ\text{C}$  の範囲内で、アルゴン、水、水素、窒素、二酸化炭素、一酸化炭素、および、これらから選択されたガスの組合せのいずれかである還元性雰囲気に晒すことにより、該 LN 結晶のウエハを黒

10

20

30

40

50

化させてLN基板の高い光透過率を抑制するとともに、電気伝導度を高くすることにより、LN基板の裏面からの戻り光を抑制し、同時に焦電性を低減することが述べられている。

【0011】

これらの公報では、LN結晶のみならずLT結晶をも対象としているが、LT結晶については実質的に何らの開示がない。

【0012】

また、本発明者等の実験によれば、これらの公報に記載された方法は、1250℃程度と融点が高いLN結晶に対しては有効ではあったが、1650℃と融点が高いLT結晶に対しては、効果のないことが確認された。

【0013】

特開2004-35396号公報(WO2004/002891A1)には、LT結晶が、熱や機械的応力により生じた電荷でチャージアップ状態になりやすく、LT結晶を使用する装置の安定性から、この電荷を消散させる必要があること、また、LN結晶では、還元性雰囲気における熱処理で、電気伝導性が増大して、チャージアップを防止できること、さらに、LT結晶ではLN結晶と同じような手法では同様な効果を得られないことが記載されている。

【0014】

【特許文献1】特開平11-92147号公報

【0015】

【特許文献2】特開平11-236298号公報

【0016】

【特許文献3】特開2004-35396号公報(WO2004/002891A1)

【0017】

【非特許文献1】Albert A. Ballman: Journal of American Ceramic Society, Vol.48 (1965)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0018】

本発明の目的は、表面弾性波素子の製造プロセスで受ける温度変化によって、電荷がタンタル酸リチウム(LT)基板の表面にチャージアップしてスパークが発生するのを防止し、該スパークにより、LT基板の表面に形成した櫛形パターンが破壊されたり、さらにはLT基板の割れ等が発生することが無いLT基板を提供することである。

【0019】

また、本発明の他の目的は、フォトリソグラフ工程で、LT基板内を透過した光が、LT基板の裏面で反射されて表面に戻り、櫛形パターンの解像度を悪化させることのないLT基板の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0020】

本発明によるタンタル酸リチウム(LT)基板は、チョコラスキー法で育成したタンタル酸リチウム(LT)結晶を用いて、LT基板を製造する工程において、次のうちから選ばれる少なくとも1つの熱処理を経験した熱履歴を持っている。

【0021】

すなわち、

(1) LT結晶のインゴットを、カーボン粉末と共に、あるいはカーボン容器の中で、不活性乃至還元性雰囲気において、650℃～1650℃の保持温度で行う熱処理、

(2) LT結晶のインゴットを、Si粉末と共に、あるいはSi容器の中で、不活性乃至還元性雰囲気において、650℃～1400℃の保持温度で行う熱処理、

(3) LT結晶のウェハを、Ca、Al、Ti、Siからなる群より選択される1つの金属粉末と共に、不活性乃至還元性雰囲気において、350℃～600℃の保持温度で行う

10

20

30

40

50

熱処理、

(4) LT結晶のウェハをZn粉末と共に、不活性乃至還元性雰囲気において、350℃以上、Znの融点未満の保持温度で行う熱処理。

【0022】

なお、(1)または(2)の熱処理は、ポーリング工程の前にインゴットの状態のLT結晶に対して行い、(3)または(4)の熱処理は、ポーリング工程の後、ウェハに対して行う。

【0023】

前記熱処理は、粉末の中への埋込みが好ましく、また、4時間以上行うことが好ましい。このようにして、前記熱処理を施した本発明のタンタル酸リチウム(LT)基板は、黒化している。

【発明の効果】

【0024】

本発明により、表面弾性波素子の製造プロセスにおける歩留まりの向上を図れる。すなわち、表面弾性波素子の製造プロセスで受ける温度変化によって、電荷がLT基板の表面にチャージアップしてスパークが発生するのを防止し、該スパークにより、LT基板の表面に形成した櫛形パターンが破壊されたり、さらにはLT基板の割れ等が発生することを防止できる。また、フォトリソグラフィ工程で、LT基板内を透過した光が、LT基板の裏面で反射されて表面に戻り、櫛形パターンの解像度を悪化させることが無い。

【発明を実施するための最良の形態】

【0025】

本発明者らは、特定の方法によりLT結晶に電気伝導性が生じれば、焦電性により電荷がLT結晶の表面に溜まるとしても、すぐに中和され、チャージアップされず、スパークが発生しにくくなるという知見を得て、前記特定の方法に関する本発明を達成した。

【0026】

タンタル酸リチウム(LT)結晶は、該LT結晶内に存在する酸素空孔濃度によって、体積抵抗率(電気伝導度)と色が変化する。具体的には、例えばAlによって酸素が奪われ、LT結晶中に酸素空孔が導入されると、過剰な電子が生じる。従って、チャージバランスをとる必要から、過剰の電子がTa<sup>5+</sup>イオンにトラップされ、一部のTa<sup>5+</sup>イオンの価数が5+から4+に変わり、電気伝導性を生じると同時に光吸収を起こす。

【0027】

言い換えると、電気伝導は、キャリアである電子がTa<sup>5+</sup>イオンとTa<sup>4+</sup>イオンの間を移動するために生ずると考えられる。従って、電気伝導に寄与するTa<sup>4+</sup>イオンの数は、導入された酸素空孔量に比例する。結晶の電気伝導度は、単位体積あたりのキャリア数とキャリアの移動度の積で決まる。移動度が同じであれば、電気伝導度は酸素空孔数に比例する。光吸収による色変化は、酸素空孔により導入された電子レベルによるものと考えられる。

【0028】

酸素空孔数の制御は、固体と気体の平衡を利用した、いわゆる「雰囲気下処理」により行える。特定の温度に置かれた結晶中の酸素空孔濃度は、その結晶が置かれている雰囲気中の酸素ポテンシャル(酸素濃度)と平衡するように変化する。酸素濃度が低くなれば酸素空孔濃度は増加する。また、温度を高くしても一般に酸素空孔濃度は増加する。したがって、酸素空孔濃度を増やし、不透明度を上げるためには、高温にし、かつ、雰囲気中の酸素濃度を下げれば良い。

【0029】

酸素空孔数の制御は、固体と固体の平衡を利用した、いわゆる還元剤を用いた熱処理により行える。LT結晶の還元剤としては、C、Zn、Ca、Al、Ti、Siが望ましい。また、これらの元素の粉末と、これらの元素の酸化物との混合物を、還元剤として用いることも有効である。熱処理は、具体的には、これらの元素で作られた容器の中にLT結晶のインゴットあるいはウェハを配置して、あるいは、これらの元素の粉末と共にインゴ

10

20

30

40

50

ットあるいはウェハを埋め込んで行う。ただし、適用条件は、インゴットとウェハでは大きく異なる。

#### 【0030】

容器中で、あるいは粉末中に埋め込んでの熱処理は、容器や粉末を形成している元素そのものの過剰な酸化による劣化を防ぐため、窒素ガス、Arなどの不活性ガス、窒素-水素フォーミングガスのような弱還元性を含む還元性雰囲気、あるいは真空雰囲気の中で行うことが好ましい。この時、雰囲気ガス圧は、大気圧以下であることがより望ましい。

#### 【0031】

前述のように、本発明では、Al等の固体還元剤を用いてLTを還元し、酸素欠損を導入しているので、Al等の固体還元剤により酸素が消費尽くされ、結果として不活性ガス雰囲気になり、その後、未反応の固体還元剤がLTから酸素を奪っていると考えられる。しかし、雰囲気に少々酸素が存在した状態であっても、固体還元剤が固固反応でLTから酸素を奪い、酸素欠損が生じている場合もありうる。

#### 【0032】

また、熱処理温度は高温が望ましいが、LT結晶の融点と、容器もしくは粉末を形成する元素の融点とを比較して、低い方の融点で、上限温度は自ずと制限される。

#### 【0033】

LT結晶は、結合イオン性が強いので空孔の拡散速度は比較的速い。しかし、酸素空孔濃度の変化には酸素の結晶内拡散を要するので、一定時間（4時間以上）、LT結晶を雰囲気中に保持する必要がある。この拡散速度は、温度に大きく依存し、室温近傍では現実的な時間での酸素空孔濃度の変化は起きない。したがって、短時間で不透明LT結晶を得るには、十分な酸素拡散速度を得られる高温で、低酸素濃度雰囲気中にLT結晶を保持する必要がある。

#### 【0034】

LT結晶のインゴットとウェハとでは、熱処理温度が異なる。その理由は、インゴットとウェハでは適用する熱処理温度がキュリー点の上下で異なるからである。換言すると、ポーリング処理前であれば、キュリー温度以上で熱処理できるが、ポーリング処理後は、キュリー温度未満で熱処理する必要がある。

#### 【0035】

ウェハ状態のものを、650～1650℃で処理したのでは、キュリー点を超過してしまうため、折角ポーリング処理し、単一分極としたのが解消されてしまう。ウェハ状態でポーリング処理することが可能であるとしても、非常に手間が掛かるため、650～1650℃での熱処理は、インゴットが対象となる。

#### 【0036】

一方、インゴット状態のものを350～600℃で熱処理し、焦電性を抑制することは不可能ではないが、インゴットの中心まで酸素空孔を導入し、しかもインゴット全体の酸素空孔濃度を均一にしようとする、非常に長い熱処理時間が必要になると予想される。従って、350～600℃で熱処理する場合の現実的な解は、ウェハが対象となる。

#### 【0037】

高温で処理した後、LT結晶を速やかに冷却すれば、高温で導入された酸素空孔濃度を保ったままのLT結晶を室温で得ることができる。処理時間の下限は、経済性を考慮し、実験によって、上記熱処理方法での処理温度に応じて容易に決定できる。

#### 【0038】

処理工程の制御性、最終的に得られる基板の特性、同時性の均一性、再現性等を考慮した最も好ましい条件としては、試料としてポーリング後のインゴットから切り出されたウェハを用い、該ウェハをAlとAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>からなる混合粉末中に埋め込み、窒素ガス、もしくはArガス等の不活性ガス雰囲気中で、LT結晶のキュリー温度以下で熱処理することが有効である。

#### 【0039】

焦電効果は、結晶温度が変化することによって生ずる格子の変形に起因する。電気双極

10

20

30

40

50

子を持つ結晶では、双極子間の距離が温度で変化するために生じると理解できる。焦電効果は、電気抵抗の高い材料のみで生じる。イオンの変位により、結晶表面には双極子方向に電荷を生じるが（LT結晶ではZ方向）、電気抵抗の低い材料では、この電荷は結晶自身の持つ電気伝導性のために中和されてしまう。通常の透明LT結晶は、電気伝導性が $10^{-13} \text{ S/m}$ のレベルであるために焦電効果が顕著に現れる。しかし、不透明LT結晶では、電気伝導性が $10^{-8} \text{ S/m}$ （体積抵抗率 $10^{10} \Omega \text{ cm}$ ）程度まで向上するため、焦電性が見られなくなる。

#### 【0040】

本発明によれば、淡黄色ないしほとんど無色透明なLT結晶も、有色不透明化（黒化という）し、電気伝導度は向上する。観察された有色不透明の色調は、透過光では赤褐色系に、反射光では黒色に見えるため、この有色不透明化現象をここでは「黒化」と呼ぶ。

10

#### 【0041】

本発明で行った熱処理の効果として、LT結晶の焦電性が見られなくなったか否かを判定する実用的な方法には、実際の表面弾性波素子製造プロセスにおいて、LT基板が受ける温度変化を模して行う熱サイクル試験がある。LT基板に、室温から $200^\circ\text{C}$ まで $10^\circ\text{C}/\text{分}$ で昇温し、その後、 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ で室温まで冷却する熱サイクルを与えた場合、従来技術によるLT基板では、基板表面でスパークが観察される。熱サイクル試験を育成後のLT結晶で行うと、発生するスパークのために結晶が割れてしまう破壊試験となるため、製造工程で熱サイクル試験の実施は難しい。一方、黒化したLT基板では、基板表面でのスパークが観察されない。したがって、黒化の有無の判定が、LT結晶の実用的な焦電性判定方法としては有用である。

20

#### 【0042】

なお、熱処理は4時間以上行うことで黒化が明らかに観察される。

#### 【実施例】

#### 【0043】

##### （実施例1）

コングルエント組成の原料を用いて、チョコラルスキー法で、直径4インチ（ $101.6 \text{ mm}$ ）のLT結晶の育成を行った。育成雰囲気は、酸素濃度約3%の窒素-酸素混合ガスである。得られたLT結晶のインゴットは、透明な淡黄色であった。

#### 【0044】

前記LT結晶のインゴットをカーボン粉末中に埋め込み、熱処理した。熱処理条件は、 $1000^\circ\text{C}$ 、10時間、窒素ガス雰囲気である。

30

#### 【0045】

その後、窒素ガス雰囲気に保ったまま、室温まで冷却を行った後、LT結晶を取り出した。得られたLT結晶のインゴットは、不透明な赤褐色であった。

#### 【0046】

このLT結晶のインゴットに対して、熱歪み除去のための熱処理（窒素雰囲気、 $1400^\circ\text{C}$ 、40時間）と、単一分極とするためのポーリング処理（窒素雰囲気、 $650^\circ\text{C}$ 、2時間）とを施した後、外周研削、スライス、研磨を行って $36^\circ \text{ RY}$ （Rotated Y axis）のLT基板とした。得られた $36^\circ \text{ RY}$ のLT基板は、不透明な赤褐色であった。また、体積抵抗率は $10^8 \Omega \text{ cm}$ であった。

40

#### 【0047】

得られた $36^\circ \text{ RY}$ のLT基板に対して、室温から $200^\circ\text{C}$ まで $10^\circ\text{C}/\text{分}$ で昇温し、その後、 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ で室温まで冷却する熱サイクル試験を行った。

#### 【0048】

その結果、表面電位は発生せず、スパークする現象は全く見られなかった。さらに、得られた $36^\circ \text{ RY}$ のLT基板のキュリー温度は $603^\circ\text{C}$ であり、表面弾性波速度は $4150 \text{ m}/\text{秒}$ であり、表面弾性波素子特性に影響する物性値は、従来品の $36^\circ \text{ RY}$ のLT基板と同様であった。

#### 【0049】

50



## (実施例 2)

熱処理温度を、650℃とした以外は、実施例 1 と同様に処理および試験を行った。得られた 36° RY の LT 基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は  $10^{10} \Omega \text{cm}$  であり、他の特性は実施例 1 と同様であった。

## 【0050】

## (実施例 3)

熱処理温度を、1600℃とした以外は、実施例 1 と同様に処理および試験を行った。得られた 36° RY の LT 基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は  $10^6 \Omega \text{cm}$  であり、他の特性は実施例 1 と同様であった。

## 【0051】

## (実施例 4)

LT 結晶のインゴットを、カーボン容器内に入れた以外は、実施例 1 と同様に処理および試験を行った。得られた 36° RY の LT 基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は  $10^8 \Omega \text{cm}$  であり、他の特性は実施例 1 と同様であった。

## 【0052】

## (実施例 5)

LT 結晶のインゴットを、Si 粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、650℃とした以外は、実施例 1 と同様に処理および試験を行った。得られた 36° RY の LT 基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は  $10^{12} \Omega \text{cm}$  であり、他の特性は実施例 1 と同様であった。

## 【0053】

## (実施例 6)

LT 結晶のインゴットを、Si 粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、1000℃とした以外は、実施例 1 と同様に処理および試験を行った。得られた 36° RY の LT 基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は  $10^{10} \Omega \text{cm}$  であり、他の特性は実施例 1 と同様であった。

## 【0054】

## (実施例 7)

LT 結晶のインゴットを、Si 粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、1400℃とした以外は、実施例 1 と同様に処理および試験を行った。得られた 36° RY の LT 基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は  $10^8 \Omega \text{cm}$  であり、他の特性は実施例 1 と同様であった。

## 【0055】

## (実施例 8)

コングルエント組成の原料を用いて、チョコラルスキー法で、直径 4 インチ (101.6 mm) の LT 結晶の育成を行った。育成雰囲気は、酸素濃度約 3 % の窒素-酸素混合ガスである。得られた LT 結晶のインゴットは、透明な淡黄色であった。

## 【0056】

得られた LT 結晶のインゴットに対して、熱歪み除去のための熱処理 (大気雰囲気、1400℃、40 時間) と、単一分極とするためのポーリング処理 (大気雰囲気、650℃、2 時間) とを施した後、外周研削、スライス、研磨を行って 36° RY の LT 基板とした。得られた 36° RY の LT 基板は、無色透明で、キュリー温度は 603℃、表面弾性波速度は 4150 m/秒であった。

## 【0057】

得られた 36° RY の LT 基板を Al 粉末中に埋め込み、窒素ガス雰囲気中で 550℃、10 時間の熱処理を行った。熱処理後の 36° RY の LT 基板は、不透明な赤褐色であった。また、体積抵抗率は  $10^{10} \Omega \text{cm}$  であった。

## 【0058】

熱処理後の 36° RY の LT 基板に対して、室温から 200℃まで 10℃/分で昇温し、その後、10℃/分で室温まで冷却する熱サイクル試験を行った。

10

20

30

40

50

## 【0059】

その結果、表面電位は発生せず、スパークする現象は全く見られなかった。さらに、得られた36° RYのLT基板のキュリー温度は603℃であり、表面弾性波速度は4150m/秒であり、表面弾性波素子特性に影響する物性値は、従来品の36° RYのLT基板と等しかった。

## 【0060】

(実施例9)

熱処理温度を、350℃とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた36° RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{12} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

10

## 【0061】

(実施例10)

熱処理温度を、600℃とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた36° RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^9 \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

## 【0062】

(実施例11)

得られた36° RYのLT基板を、Al10%とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>90%の混合粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、350℃とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた36° RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{12} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

20

## 【0063】

(実施例12)

得られた36° RYのLT基板を、Al10%とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>90%の混合粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、550℃とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた36° RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{11} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

## 【0064】

(実施例13)

得られた36° RYのLT基板を、Al10%とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>90%の混合粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、600℃とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた36° RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{10} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

30

## 【0065】

(実施例14)

得られた36° RYのLT基板を、Al90%とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>10%の混合粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、350℃とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた36° RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{12} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

## 【0066】

(実施例15)

得られた36° RYのLT基板を、Al90%とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>10%の混合粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、550℃とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた36° RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{11} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

40

## 【0067】

(実施例16)

得られた36° RYのLT基板を、Al90%とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>10%の混合粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、600℃とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた36° RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は1

50

$0^{10} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0068】

(実施例17)

得られた $36^\circ$  RYのLT基板を、Caの粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、 $350^\circ\text{C}$ とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた $36^\circ$  RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{12} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0069】

(実施例18)

得られた $36^\circ$  RYのLT基板を、Caの粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、 $600^\circ\text{C}$ とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた $36^\circ$  RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{10} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0070】

(実施例19)

得られた $36^\circ$  RYのLT基板を、Tiの粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、 $350^\circ\text{C}$ とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた $36^\circ$  RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{12} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0071】

(実施例20)

得られた $36^\circ$  RYのLT基板を、Tiの粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、 $600^\circ\text{C}$ とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた $36^\circ$  RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{10} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0072】

(実施例21)

得られた $36^\circ$  RYのLT基板を、Siの粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、 $350^\circ\text{C}$ とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた $36^\circ$  RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{12} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0073】

(実施例22)

得られた $36^\circ$  RYのLT基板を、Siの粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、 $600^\circ\text{C}$ とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた $36^\circ$  RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{10} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0074】

(実施例23)

得られた $36^\circ$  RYのLT基板を、Znの粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、 $350^\circ\text{C}$ とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた $36^\circ$  RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{12} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0075】

(実施例24)

得られた $36^\circ$  RYのLT基板を、Znの粉末の中に入れたこと、および、熱処理温度を、 $410^\circ\text{C}$ とした以外は、実施例8と同様に処理および試験を行った。得られた $36^\circ$  RYのLT基板は、不透明な赤褐色であり、体積抵抗率は $10^{10} \Omega \text{cm}$ であり、他の特性は実施例8と同様であった。

【0076】

10

20

30

40

50

## (実施例 25)

熱処理時間を 4 時間とした以外は、実施例 1～24 とそれぞれ同様な処理および試験を行った。得られた 36° RY の LT 基板は、いずれも不透明な赤褐色であり、基板の特性はそれぞれ実施例 1～24 とそれぞれ同様であった。

## 【0077】

## (比較例 1)

工程中に本発明にかかわる熱処理を行わなかった以外は、実施例 1～25 と同様な処理および試験を行った。得られた結晶のインゴットは、いずれの工程後も透明淡黄色であった。得られた 36° RY の LT 基板は、無色透明であり、キュリー温度は 603℃、表面弾性波速度は 4150 m/秒であった。

10

## 【0078】

得られた 36° RY の LT 基板を、SUS の容器に入れて、窒素ガス雰囲気下で、温度を 1000℃とし、8 時間、熱処理を行った。処理後の 36° RY の LT 基板は淡黄色であって、黒化は見られなかった。体積抵抗率は  $10^{15} \Omega \text{cm}$  であった。

## 【0079】

熱処理後の 36° RY の LT 基板に対して、室温から 200℃まで 10℃/分で昇温し、その後、10℃/分で室温まで冷却する熱サイクル試験を行った。その結果、基板表面で激しくスパークする現象が見られた。

## 【0080】

## (比較例 2)

熱処理温度を、800℃とした以外は、比較例 1 と同様に処理および試験を行った。熱処理後の 36° RY の LT 基板は淡黄色であって、黒化は見られなかった。熱サイクル試験において、基板表面で激しくスパークする現象が見られた。

20

## 【0081】

## (比較例 3)

熱処理温度を、480℃とした以外は、比較例 1 と同様に処理および試験を行った。熱処理後の 36° RY の LT 基板は淡黄色であって、黒化は見られなかった。熱サイクル試験において、基板表面で激しくスパークする現象が見られた。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**